

THESES
présentées à

LA FACULTE DES SCIENCES DE PARIS
Pour l'obtention du titre
de DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PARIS
(mention Sciences)

par Monsieur Jayanti PATEL

Sujet de la 1ère Thèse: Contribution à l'étude de la
biréfringence du verre.

Sujet de la 2ème Thèse: Fracture du verre.

(Proposition donnée par la Faculté)

Soutenues le 12 Novembre 1969 devant la commission

composée de: Président Monsieur ABELES

Examineurs Monsieur ARNULF

Madame WINTER

THESES
présentées à

LA FACULTE DES SCIENCES DE PARIS

Pour l'obtention du titre

de DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PARIS

(mention Sciences)

par Monsieur Jayanti PATEL

Sujet de la 1ère Thèse: Contribution à l'étude de la
biréfringence du verre.

Sujet de la 2ème Thèse: Fracture du verre.

(Proposition donnée par la Faculté)

Soutenues le 12 Novembre 1969 devant la commission

composée de: Président Monsieur ABELES

Examineurs Monsieur ARNULF

Madame WINTER



J'exprime ici ma profonde gratitude à Monsieur le Professeur ABELES et Monsieur le Professeur ARNULF qui ont bien voulu constituer la commission du Jury.

Je suis très reconnaissant à Madame WINTER qui a proposé le sujet de cette thèse et à Madame PROD'HOMME qui m'a guidé pour réaliser ce travail. Je remercie M. PROD'HOMME pour l'aide précieuse qu'il a bien voulu m'apporter ainsi que tous les collaborateurs du Laboratoire des verres pour l'accueil sympathique et cordial qu'ils m'ont toujours réservé.

A MES PARENTS



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41552220_0014

TABLE DES MATIERES

- I. Introduction.
- ii Appareillage Utilisé.
- III techniques Expérimentales.
- IV. Résultats Expérimentaux.
- V. Discussion des Résultats.
- VI. Conclusion.
- VII Bibliographie.

CONTRIBUTION A L'ETUDE
DE LA BIREFRINGENCE DU VERRE
par JAYANTI PATEL.

I N T R O D U C T I O N

Dans cette étude nous avons essayé de présenter certains aspects des problèmes posés par la biréfringence du verre. La connaissance de la biréfringence a deux objets : (1) Réduire les tensions d'origine thermique et (2) contrôler l'homogénéisation de la structure. Le plus souvent , c'est-à-dire dans le cas du verre industriel , les mesures de biréfringence, sont orientées uniquement vers la réduction des tensions. Mais en ce qui concerne le verre d'optique, on doit rechercher avant tout l'équilibre structural de la matière vitreuse.

Les mécanisme par lequel la structure du verre est modifiée et homogénéisée dépend à la fois du temps et de la température. Il s'effectue dans l'intervalle de température appelé domaine de transformation du verre.

A température élevée , un corps subit un changement de volume pour deux raisons. Premièrement,

l'augmentation du volume est due à l'amplitude croissante des vibrations des atomes; à toute température, ce mécanisme se produit instantanément et d'une manière réversible.

Le second mécanisme ne s'effectue qu'à une température suffisamment élevée et correspond à une redistribution des atomes qui aboutit à un équilibre structural déterminé à chaque température. Ce réarrangement des atomes explique l'importance du changement de volume.

En effet , on peut exprimer cette variation de volume par un coefficient de dilatation totale α_T tel que $\alpha_T = \alpha_v + \alpha_s$ où α_v désigne un coefficient de dilatation partiel qui ne tient compte que des vibrations des atomes dues à l'agitation thermique et α_s désigne la part du coefficient de dilatation propre au réarrangement moléculaire. Ce dernier coefficient d'origine structurale α_s correspond à un mécanisme qui dépend de la viscosité , donc du facteur "temps". A température suffisamment élevée c'est-à-dire pour une viscosité assez basse les deux mécanismes de dilatation entrent simultanément en action et le corps reste continuellement en équilibre structural.

Mais , la valeur du terme s dépend du temps lorsque la viscosité est plus grande. Lors d'un refroidissement très rapide le terme v intervient principalement et la courbe volume-température est infléchié .Si le refroidissement s'effectue beaucoup plus lentement , les deux mécanismes agissent ensemble et la courbe d'équilibre est suivie (Voir schéma)

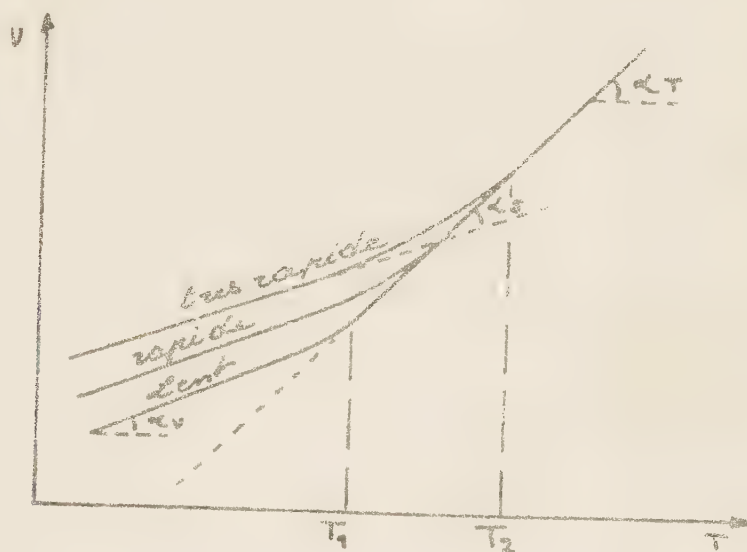


schéma entre le volume du verre et la température

Le refroidissement du verre à une vitesse réduite entraîne une densité plus élevée et en même temps un accroissement de l'indice de réfraction. La variation de volume avec le traitement thermique

joue un rôle important dans le développement des tensions donc de la biréfringence des verres et peut-être contrôlée par l'évolution de l'indice. En effet les tensions naissent lorsque les différentes parties d'un échantillon de verre ne sont pas refroidies avec la même vitesse en raison de l'existence du gradient de température existant dans sa masse.

Dans une étude précédent⁽²⁾ nous avons déterminé la valeur de l'indice et de la biréfringence de verre différents soumis à des trempes de plus en plus fortes et à des température de plus en plus élevées. Nous avons constaté que la variation de ces deux propriétés physiques ne se manifeste pas de la même façon. L'indice subit une diminution et il se stabilise ensuite. La biréfringence passe par un maximum vers la fin du domaine de transformation.

Pour les trois verres étudiés (C O B2359, BSC B1463 et FD C2036) on est arrivé à supprimer les tensions permanentes introduites dans le domaine de transformation en maintenant les échantillons à des températures où ils commencent à se déformer et en les refroidissant ensuite avec une vitesse déterminée.

Toutes ces expériences avaient été effectuées sur des échantillons assez minces (3 à 5 mm d'épaisseur). Nous les avons renouvelées sur des échantillons plus épais (1 à 2 cm d'épaisseur) et complétées par l'étude d'un autre verre le Flint Extra Dense D3128.

II APPAREILLAGE UTILISE

Les expériences ont été réalisées à l'aide de l'appareillage suivant:

- a) Four électrique.
- b) Réfractomètre de Pulfrich.
- c) Appareil Goniométrique de Biréfringence.
- d) Compensateur de Babinet.

a) Four électrique

Dans le four électrique utilisé la température est mesurée à proximité des faces de l'échantillon à l'aide d'un thermocouple nickel-chrome/nickel-allié. La vitesse de chauffe ou de refroidissement réelle n'est pas tout à fait égale à la vitesse choisie, car la température est différente à la surface et à l'intérieur de l'échantillon: L'écart augmente avec la température et l'épaisseur de l'échantillon.

b) Réfractomètre de Pulfrich

L'indice de réfraction a été déterminé à l'aide de l'appareil construit par Bellingham dont la précision est de $1,10^{-4}$.

c) Appareil Goniométrique de Biréfringence

Cet appareil proposé par Tardy⁽⁷⁾ permet de mesurer la biréfringence en tout point d'un échantillon.

Le schéma optique est représenté sur la fig.1.

L'objectif O et le prisme à réflexion totale p , forment de la source lumineuse S , placée sur le côté de l'appareil, une image en s au voisinage du centre de courbure du miroir sphérique concave M. (1,50 m de rayon , 150 mm d'ouverture). Le faisceau divergent en provenance de s , traverse un polariseur P , puis une lame quart d'onde L (0,546 μ) , il traverse ensuite le plateau de verre V à examiner , placé tout contre le miroir M , se réfléchit sur ce miroir , retraverse V et vient converger en s' , symétrique de s par rapport au centre de courbure du miroir M. Avant d'atteindre s' la lumière traverse la seconde lame quart d'onde L' et l'analyseur A. Enfin un viseur formé d'un objectif E , et d'un oculaire U permet à l'observateur de mettre au point sur l'échantillon V . En l'absence de V , l'observateur aperçoit ainsi la surface du miroir M uniformément éclairée.

Pour déterminer la valeur de la biréfringence l'appareil comporte deux cercles divisés =

Le cercle extérieur , divisé en grades , indique l'orientation des tensions principales . Le cercle intérieur , divisé en deux cents parties égales , est gradué directement en biréfringence définie par la relation

$$b = \frac{\Delta}{\lambda}$$

où Δ = différence de marche.

λ = longueur d'onde (0,546 μ)

La précision sur 'b' est donc égale à $1/200$ soit $0,005$. Pour mesurer la biréfringence nous plaçons les échantillons étudiés devant le miroir après avoir marqué neuf points sur une de leurs faces et nous mesurons la biréfringence à l'emplacement de ces points.

d) Compensateur de Babinet

Dans certains cas nous avons utilisé aussi le compensateur de Babinet qui donne une mesure globale de la biréfringence.

On calcule le rapport
$$\frac{-p}{p_0},$$

où $-p$ = nombre de divisions correspondant au déplacement de la frange centrale et p_0 = nombre de divisions séparant la position de deux franges consécutives entre les repères du viseur.

L'erreur sur ces lectures de p_0 et $-p$ est estimée dans chaque cas à $1/20$. L'erreur commise sur la mesure de sera donc le double, soit une précision totale d'environ 10% .



Fig. 1

- 1 - Condenser.
- 2 - Mirror.
- 3 - Source of illumination.
- 4 - Object.
- 5 - Lens.
- 6 - Lens.
- 7 - Lens.
- 8 - Lens.
- 9 - Lens.

III TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Nous nous sommes proposé d'étudier les variations de l'indice de réfraction et de la biréfringence en fonction de la température pour différents états de trempe de quelques verres d'optiques.

Quatre types d'entre eux ont été choisis pour cette étude :

- 1) Borosilicate Crown B1463 .
- 2) Crown Ordinaire B2359.
- 3) Flint Dense D2036 .
- 4) Flint Extra Dense D3128.

Par ailleurs dans nos études nous avons tenu compte des valeurs de la viscosité dans la region de température intéressante.

1) Détermination du domaine de transformation

Nous avons d'abord déterminé le domaine de transformation de chaque type de verre afin de connaître l'intervalle de température dans lequel les expériences devaient être réalisées et définir avec précision la température de recuit.

Pour cela , nous avons mesuré la variation

de l'indice de réfraction en fonction de la température de traitement thermique (méthode de Lobedef). Des expériences effectuées antérieurement⁽²⁾ nous ont permis de tracer les courbes de Lobedef pour les trois premiers verres (fig. 2a, b et c).

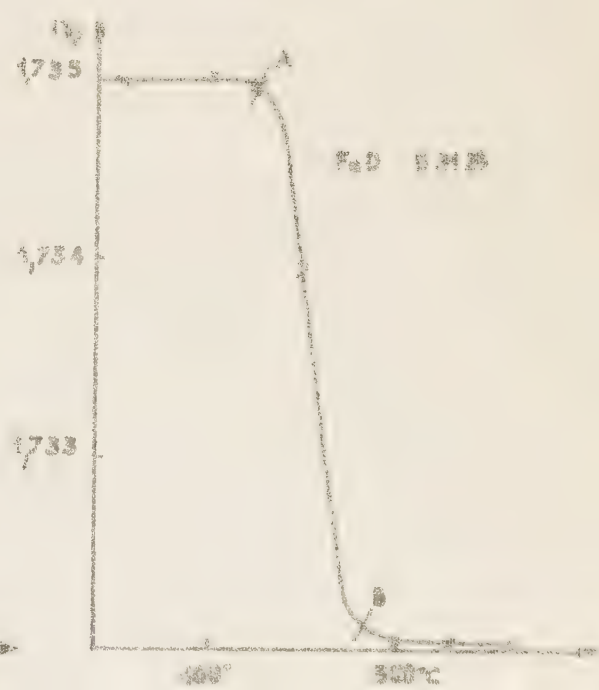
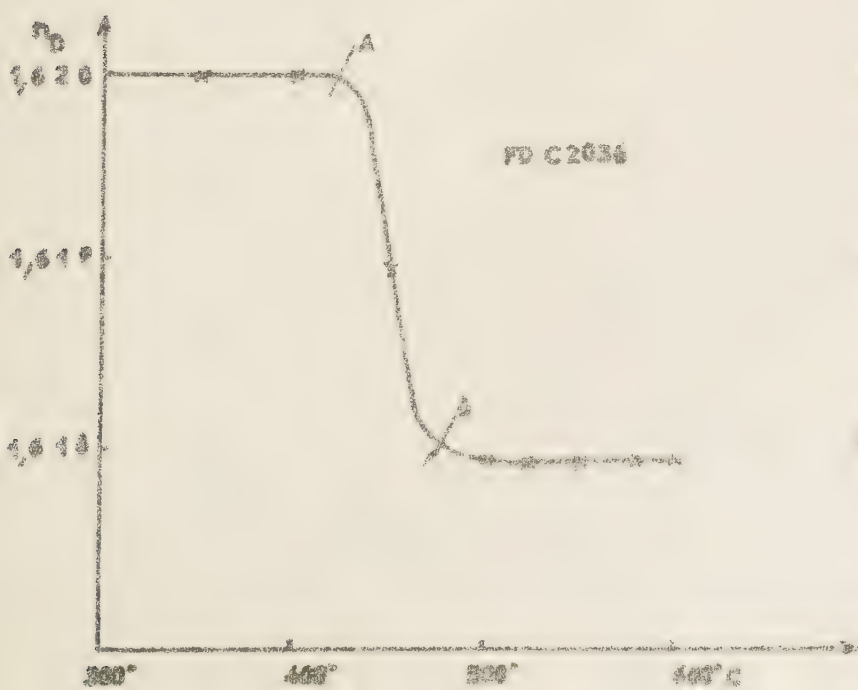
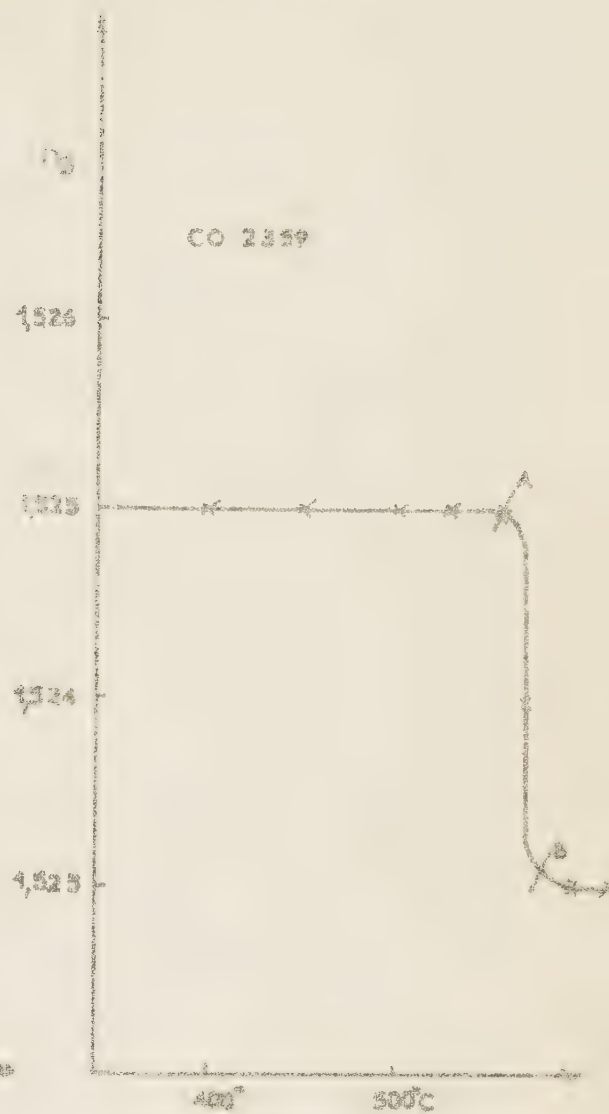
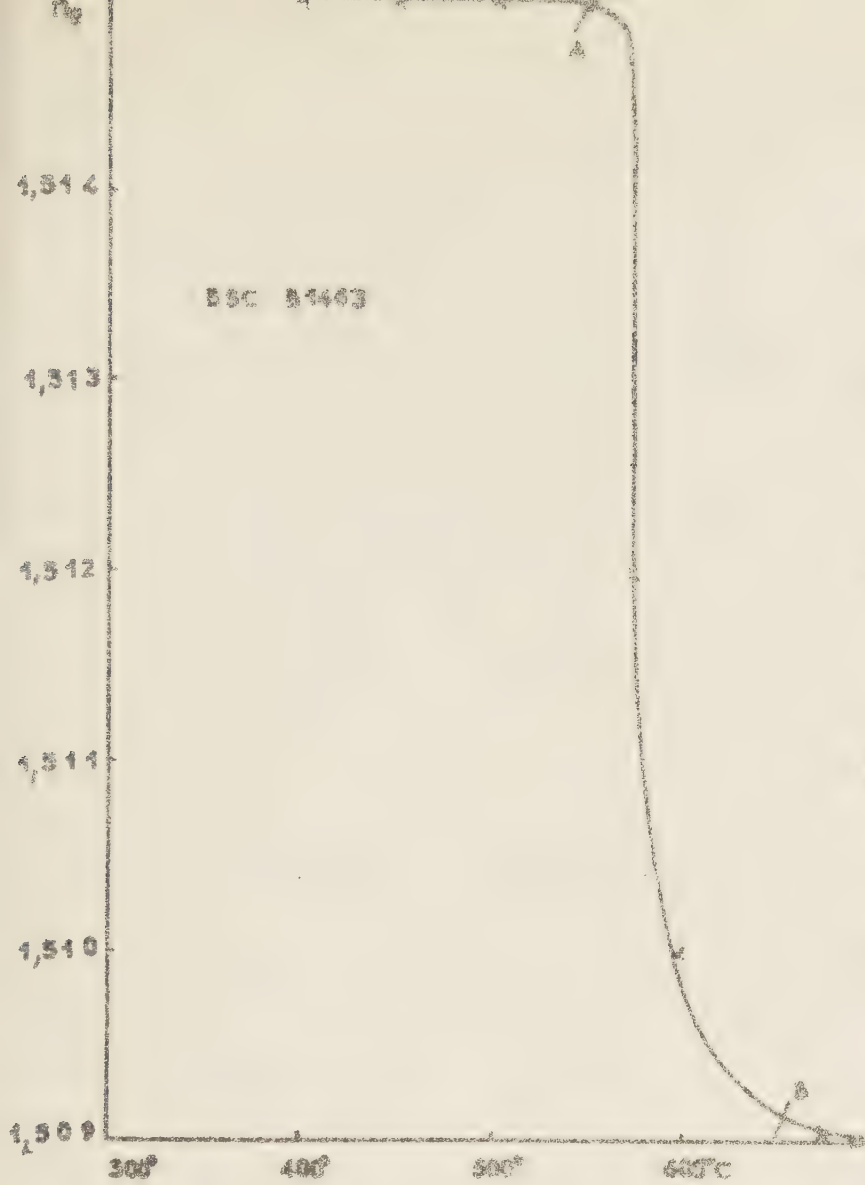
Les résultats obtenus pour le Flint Extra Dense D3128 sont donnée sur le tableau i et sur la fig.2 d .

Sur la fig.2 , la partie A B des courbes correspond au domaine du transformation de chaque verre.

Tableau I Expérience de Lobedef du verre FeD D3128

NO	To C	n _c
1.	300° C	1,7356
2.	350° C	1,7356
3.	400° C	1,7356
4.	425° c	1,7356
5.	450° C	1,7347
6.	475° C	1,7328
7.	500° C	1,7328
8.	525° C	1,7328
9.	550° C	1,7328
10.	575° C	déformé

Nous pouvons donc conclure que le domaine de transformation commence environ à 560°C le BSC B1463 , à 490°C pour le C O B2359 et à



400°C pour le FD C2036 et FeD D3128 .

2) Valeurs Caractéristiques de la viscosité

Dans le tableau II nous indiquons les températures correspondant à trois valeurs caractéristiques de la viscosité : T_s (température inférieure de recuit soit $10^{14,5} p_o$) et T_g (température supérieure de recuit, soit $10^{13} p_o$) et T_r (température de ramollissement , soit $10^{11} p_o$) .

Tableau II Valeurs caractéristique de la Viscosité

Verre	$T_s(10^{14,5} p_o)$	$T_g(10^{13} p_o)$	$T_r(10^{11} p_o)$
1)BSC B1463	525° C	575° C	635° C
2)C O B2359	490° C	530° C	600° C
3)F D C2036	400° C	430° C	500° C
4)FeD D3128	400° C	435° C	475° C

Pour le verre BSC B1463 ces température avaient déjà été déterminées⁽⁵⁾ , pour les trois autres le point T_g (applé aussi température de transformation dilatométrique) a été donnée par la courbe de dilatation , les points T_s et T_r par la courbe de Lebedef.La fig.3 nous montre comment ces points ont été établis graphiquement pour le Crown Ordinaire B2359.

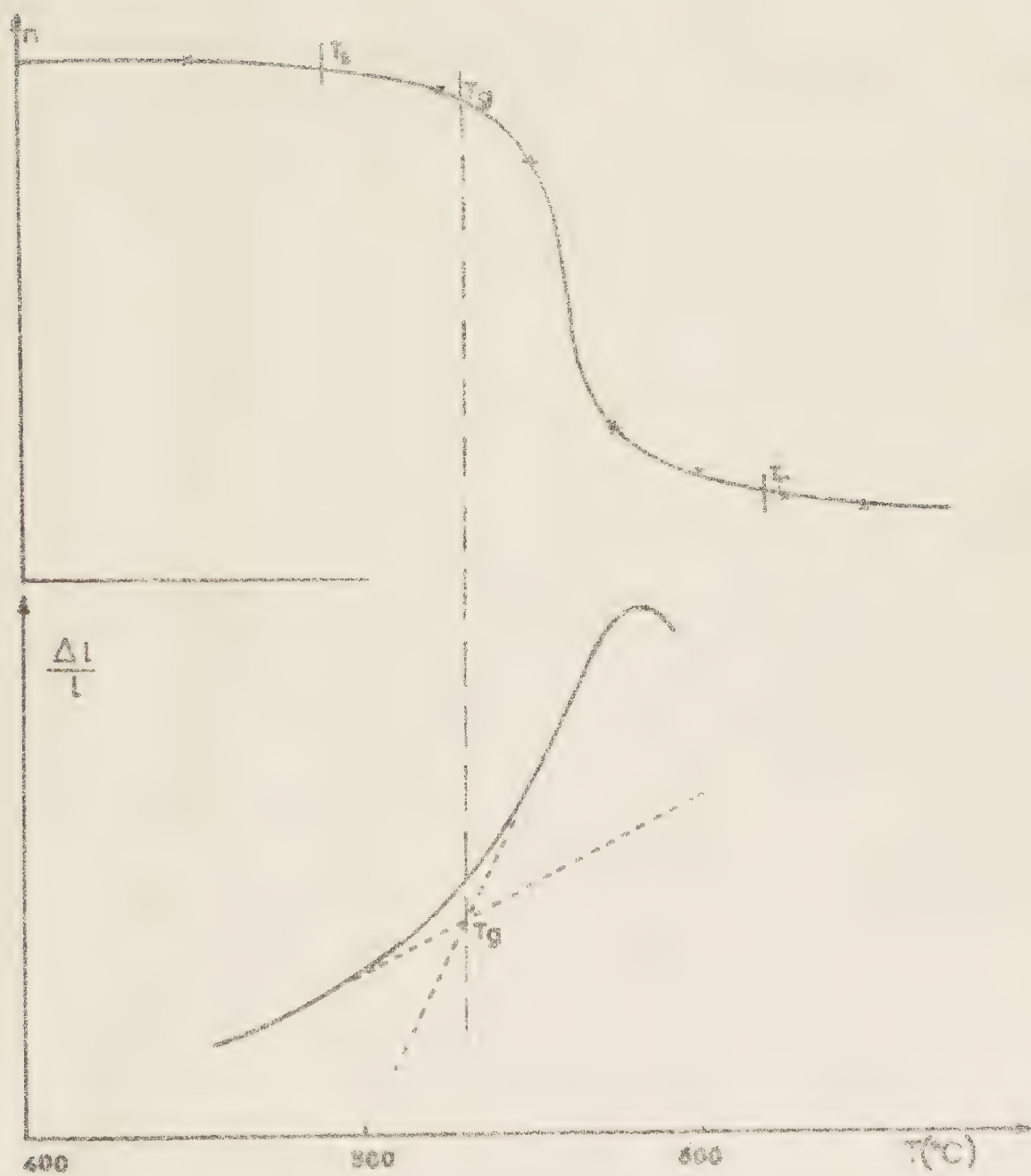


Fig.3. Détermination des valeurs caractéristiques de la viscosité d'un crown d'après les courbes de dilatation et d'inalece.

3) Répartition de la biréfringence

Pour connaître la répartition de la biréfringence nous avons marqué neuf points positionnés identiquement sur chaque échantillon (voir ci-dessous)

Nous avons trouvé que la biréfringence est pratiquement toujours minimum au centre et maximum aux quatre coins de l'échantillon . Le tableau III donne les valeurs de la biréfringence pour trois échantillons du Crown Ordinaire B2359 d'épaisseur différente , chauffés à 520° C et trempés fortement ensuite.

Le répartition de la biréfringence étant toujours identique pour chaque échantillon, dans l'exposé des résultats nous donnerons la valeurs moyenne de la biréfringence mesurée aux quatre coins de l'échantillon divisée par l'épaisseur. Ce rapport s'exprime en μ/cm .

Tableau III Répartition de la biréfringence en fonction de l'épaisseur :

NO	épaisseur 0,72 Cm		épaisseur 1 Cm		épaisseur 2 Cm	
	en grade	mu/cm	en grade	mu/cm	en grade	mu/cm
1)	49	7	48	16	49	19
2)	12	3	8	5	11	8
3)	52	7	52	19	51	19
4)	14	3	9	8	10	8
5)	4	7	3	7	4	11
6)	14	3	10	5	12	8
7)	51	7	52	16	53	19
8)	9	3	10	5	14	6
9)	54	7	54	16	56	19

4) Traitements thermiques appliqués

Sur chacun des quatre types de verre nous avons effectué plusieurs traitements thermiques. D'abord une série d'échantillons ayant 1 cm d'épaisseur a subi les trois traitements suivants :

a) Trempe Forte

Les échantillons sont chauffés à vitesse uniforme jusqu'à la température de trempe forte choisie , puis refroidis très rapidement (300° C en 10 mn .)

b) Nouvelle Trempe Forte

Après avoir recuit les échantillons nous avons réalisé une nouvelle trempe forte pour vérifier la réversibilité du phénomène.

c) Trempe Faible

Les échantillons sont chauffés à vitesse uniforme jusqu'à la température de trempe choisie puis refroidis lentement (300°C en 2 h 30 mn)

La figure 4 représente les courbes de chauffe et de refroidissement correspondant à ces trois régime thermiques.

Enfin les échantillons d'épaisseur double n'ont subi que la trempe forte, décrite ci-dessus.*

Après chaque expérience nous avons mesuré l'indice de réfraction au réfractomètre de Pulfrich. La biréfringence a été déterminée à l'aide de l'appareil Goniométrique de Tardy et dans le cas d'échantillons très biréfringents à l'aide de Compensateur de Babinet.

* Aux température de trempe les plus élevées les échantillons ont dû être repolis ; dans certains cas le nombre des échantillons était insuffisant , de sorte que les expériences ont été réalisées sur des échantillons déjà trempés qui ont été recuits après la première expérience.

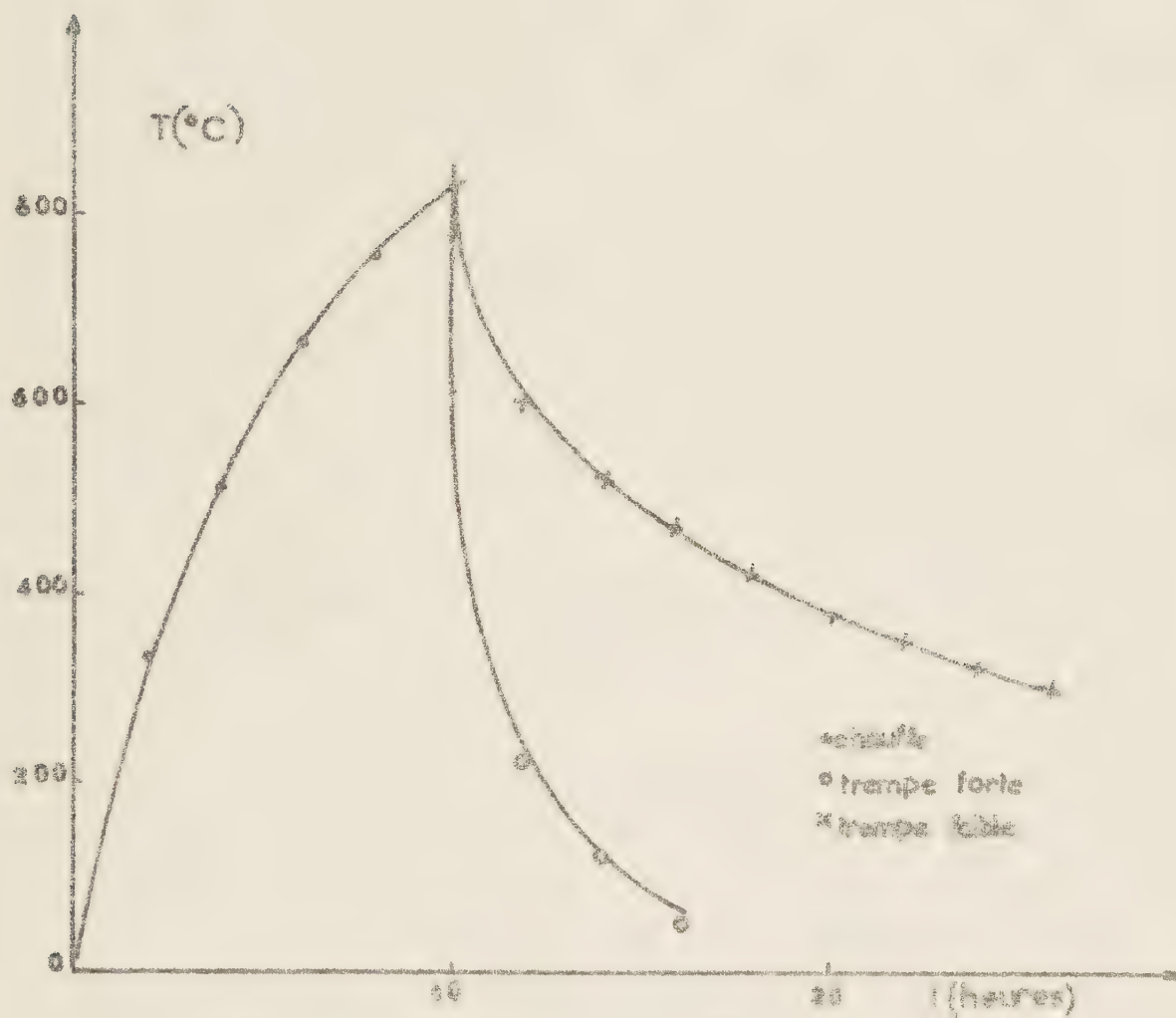


Fig.4. Courbes de chauffe et de refroidissement.

IV. Résultats Experimentaux

Nous allons donner les résultats détaillés des mesures d'indice de réfraction (n_o) et de biréfringence () effectuées sur quatre types de verres.

BSC B1463

Ces résultats sont rassemblés au Tableau IV et sur les fig. 5 et 6 .

1) Echantillons d'épaisseur 1 cm (dimensions 2xl, 1xl cm)

a) Trempe Forte

Avant l'expérience l'indice de réfraction était égal à 1,5156 et la biréfringence nulle.

Les expériences ont été réalisées à des températures de trempe variant de 520°C à 840°C et ceci par étapes de 10°C ou de 20°C.

Les dernières expériences (800°C , 820°C et 840°C) ont été effectuées sur des échantillon déjà trempés , puis recuits à 530°C pendant 72 h.

Leur indice était alors 1,5159 et leur biréfringence nulle. La fig. 5 montre les variations observées après ces traitements.

b) Nouvelle trempe Forte

Les échantillons qui ont subi une déformation au cours des dernières expériences sont ramnés à une même épaisseur de 0,71 cm , puis recuits pendant 73 h à 520°C.

La valeur de l'indice de réfraction était alors 1,5163 et la biréfringence nulle.

Ce renouvellement des trempes fortes a été effectué à des températures variant de 540°C à 840°C par étapes de 30°C ou de 40°C.

c) Trempe Faible

Cette série d'expériences a été réalisée à des températures de trempe comprises entre 600°C et 720°C par étapes de 20°C sur des échantillons ayant subi un traitement de recuit de 72 h à 530°C et dont l'indice initial était 1,5159 et la biréfringence nulle. Ce traitement entraîne une variation de l'indice $n = 17 \times 10^{-4}$ et une variation négligeable de la biréfringence.

2) Echantillons d'épaisseur 2 cm (dimensions 4x3x1,9 cm)

Les échantillons sans biréfringence , dont l'indice est de 1,5156 ont été chauffés à des températures de trempe variant de 540°C à 820°C par étapes de 40°C. Les résultats sont montrés sur le tableau IV et sur la fig.6

C O B2359

Les résultats sont groupés sur le tableau V et sur les fig. 7 et 8 .

1) Echantillons d'épaisseur 1 cm (dimensions 2x1,5x0,99)

a) Trempe Forte

Avant l'expérience la valeur de l'indice est 1,5259 et la biréfringence nulle.

Les températures de trempe varient de 500°C à 820°C par intervalles de 10°C ou de 20°C . Les dernières expériences; 590°C , 780°C et 820°C ont été effectuées sur des échantillons déjà trempés, puis recuits 72 h à 490°C . L'indice de réfraction était alors de 1,5259 et la biréfringence nulle.

Les résultats de ces traitements sont illustrés par la fig. 7.

b) Nouvelle Trempe Forte

Les échantillons déformés ayant déjà subi une trempe forte ont été ramnés à une même épaisseur de 0,77 cm , puis recuits 72 h à 490°C. Leur indice de réfraction était de 1,5259 et ils ne présentaient pas de biréfringence.

L'expérience de trempe forte a été renouvelée à des températures variant de 520°C à 820°C par étapes de 20°C de 40°C. Les résultats sont représentés sur la fig. 7

c) Trompe Faible

Les échantillons utilisés ont été recuits 72 h à 490°C , leur indice mesurait 1,5253 et leur biréfringence était nulle. La trompe faible a été effectuée à des températures allant de 520°C à 800°C de 40°C en 40°C . La variation de l'indice n est de 10.10^{-4} et celle de la biréfringence est négligeable.

2) Echantillons de 2 cm d'épaisseur (dimensions 4x3x2 cm)

Nous avons utilisé des échantillons sans biréfringence dont la valeur de l'indice de réfraction était 1,5258. Les expériences de trompe forte ont été réalisées tous les 40°C de 520°C à 800°C . Les variations de l'indice de réfraction et de la biréfringence sont illustrées par la fig.8.

FD C2036

L'ensemble des résultats obtenus est donné au tableau VI et fig 9 et 10 .

1) Echantillons d'épaisseur 1 cm (dimensions 2x1,5x1 cm)

a) Trompe Forte

L'indice de ces échantillons est de 1,6247 et ils ne présentent pas de biréfringence.

Cette trompe a été faite à des températures allant de 400°C à 720°C par étapes de 20°C .

La fig.9 illustre les résultats obtenus.

b) Nouvelle Trempe Forte

Les échantillons déjà trempés sont ramenés à une même épaisseur de 0,94 cm , puis recuits 59 h à 420°C , ils ont alors un indice de 1,6247 et une biréfringence nulle.

La nouvelle trempe a été réalisée tous les 30°C entre 400°C et 730°C . Les résultats sont présentés sur la fig.9

c) Trempe Faible

Les échantillons ont été recuits 59 h à 400°C , leur indice de réfraction est de 1,6247 et leur biréfringence nulle.

Les expériences ont été accomplies à des températures variant de 400°C à 680°C par intervalles de 40°C . La variation de l'indice de réfraction est égale à 7.10^{-4} et celle de la biréfringence est négligeable.

2) Echantillons d'épaisseur 2 cm (dimensions 4x3x1,9 cm)

L'indice initial est égal à 1,6247 et la biréfringence nulle.

Les températures de trempe forte s'échelonnent entre 420°C et 700°C tous les 20°C ou 40°C . Les courbes de variation de n_o et de n_e apparaissent sur la fig.10.

FoD D3128

Tous les résultats de mesure sont indiqués au tableau VII et sur la fig.II et 12.

1) Echantillons d'épaisseur 1 cm (dimensions 2x1,5x1 cm)

a) Trempe Forte

Initialement les échantillons avaient un indice de 1,7352 et ils ne se présentaient pas de biréfringence. Les trempes ont été réalisées à des températures situées entre 400°C à 660°C par étapes de 20°C. Les résultats sont indiqués sur la fig.11.

b) Nouvelle Trempe Forte

Cinq échantillons ont été recuits 70 h à 400°C. Tous les échantillons ont un indice de 1,7352 et une biréfringence nulle.

Cette nouvelle trempe forte a été faite tous les 20°C de 400°C à 560°C. Nous en voyons les résultats sur la fig.11.

c) Trempe Faible

L'indice initial est 1,7352 et la biréfringence nulle.

Les trempes ont été effectuées de 540°C à 620°C à intervalles de 20°C. On a observé une variation faible de l'indice $n = 4.10^{-4}$. La biréfringence est restée nulle.

d) Echantillons d'épaisseur 2 cm (4x3x1,9 cm)

L'indice est de 1,7376 et la biréfringence moyenne nulle.

Les échantillons ont subi une trempe forte de 400°C à 680°C par étapes de 40°C. La fig.12 illustre les résultats.

Trempe Forte

NO.	θ	n_e	épaisseur	(Tardy)
1.	520°C	1,5156	1,0 cm	00 mu/cm
2.	540°C	1,5156	1,0 cm	11 "
3.	560°C	1,5155	1,0 cm	22 "
4.	580°C	1,5153	1,0 cm	43 "
5.	590°C	1,5146	1,0 cm	82 "
6.	600°C	1,5136	1,0 cm	175 "
7.	620°C	1,5132	0,95 cm	196 "
8.	640°C	1,5132	0,95 cm	202 "
9.	660°C	1,5132	0,95 cm	175 "
10.	680°C	1,5132	0,95 cm	164 "
11.	700°C	1,5132	0,95 cm	153 "
12.	720°C	1,5132	0,95 cm	131 "
13.	740°C	1,5132	0,95 cm	120 "
14.	760°C	1,5132	0,95 cm	109 "
15.	780°C	1,5132	0,84 cm	97 "
Recuit à 530°C pendant 72 h $n_e = 1,5159$				
16.	800°C	1,5132	0,45 cm	71 "
2.	820°C	1,5132	0,45 cm	60 "
3.	840°C	1,5132	0,45 cm	54 "

Nouvelle Trempe Forte $n_e = 1,5163$ épaisseur = 0,71 cm

3.	540°C	1,5160	0,71 cm	8 mu/cm
4.	580°C	1,5156	0,71 cm	46 "
5.	610°C	1,5134	0,71 cm	143 "
6.	640°C	1,5134	0,67 cm	187 "
7.	670°C	1,5137	0,67 cm	150 "
8.	700°C	1,5137	0,67 cm	134 "
9.	730°C	1,5137	0,67 cm	127 "
10.	760°C	1,5137	0,64 cm	114 "
11.	800°C	1,5137	0,44 cm	97 "
12.	840°C	1,5137	0,44 cm	61 "

Trempe Faible $n_e = 1,5159$

4.	600°C	1,5142	0,92 cm	16 "
5.	620°C	1,5142	0,92 cm	23 "
6.	640°C	1,5142	0,92 cm	35 "
7.	660°C	1,5142	0,92 cm	27 "
8.	680°C	1,5142	0,92 cm	21 "
9.	700°C	1,5142	0,92 cm	16 "
10.	720°C	1,5142	0,82 cm	9 "

Trempe Forte $n_e = 1,5156$ épaisseur = 1,9 cm

1.	540°C	1,5156	1,93 cm	26 "
2.	580°C	1,5138	1,93 cm	115 "
3.	620°C	1,5130	1,93 cm	217 "
4.	660°C	1,5131	1,93 cm	330 "
5.	700°C	1,5131	1,75 cm	313 "
6.	740°C	1,5130	1,75 cm	243 "
7.	780°C	1,5131	1,75 cm	243 "
8.	820°C	1,5131	1,07 cm	321 "

Babinot

22 mu/cm
79 "
197 "
254 "
246 "
233 "
199 "
229 "

Tableau V

C O B2359 $n_c=1,5259$ $c=0,99$ cm

NO	θ C	n_c	épaisseur	Tardy
1	500°C	1,5259	0,99 cm	2 mu/cm
2	520°C	1,5258	0,99 cm	16 "
3	540°C	1,5255	0,99 cm	19 "
4	560°C	1,5252	0,99 cm	43 "
5	570°C	1,5246	0,99 cm	87 "
6	580°C	1,5242	0,99 cm	164 "
7	600°C	1,5239	0,99 cm	207 "
8	620°C	1,5239	0,99 cm	191 "
9	640°C	1,5239	0,95 cm	135 "
10	660°C	1,5239	0,95 cm	153 "
11	680°C	1,5239	0,95 cm	141 "
12	700°C	1,5239	0,95 cm	131 "
13	720°C	1,5239	0,84 cm	109 "
14	740°C	1,5239	0,84 cm	98 "
15	760°C	1,5239	0,84 cm	84 "

Nouvelle Trompe Forte $n_c=1,5259$ épaisseur=0,77 cm

1	520°C	1,5258	0,77 cm	21 "
2	560°C	1,5249	0,77 cm	106 "
3	580°C	1,5243	0,77 cm	150 "
4	600°C	1,5243	0,77 cm	155 "
5	620°C	1,5243	0,62 cm	144 "
6	660°C	1,5243	0,62 cm	131 "
7	700°C	1,5245	0,62 cm	109 "
8	740°C	1,5246	0,62 cm	95 "
9	780°C	1,5246	0,62 cm	92 "
10	820°C	1,5247	0,62 cm	43 "

Trompe Faible $n_c=1,5259$ épaisseur=0,77cm

1	520°C	1,5254	0,77 cm	- "
2	560°C	1,5250	0,77 cm	20mu/cm
3	600°C	1,5249	0,77 cm	35 "
4	640°C	1,5249	0,58 cm	45 "
5	680°C	1,5249	0,58 cm	- "
6	720°C	1,5249	0,55 cm	- "
7	760°C	1,5249	0,54 cm	- "
8	800°C	1,5249	0,45 cm	- "

Trompe Forte $n_c=1,5258$ épaisseur = 2,07 cm Babinet

1	520°C	1,5257	2,07 cm	15 mu/cm	6 mu/cm
2	560°C	1,5251	2,07 cm	47 "	cassé "
3	600°C	1,5232	2,07 cm	155 "	248 "
4	640°C	1,5232	2,07 cm	204 "	251 "
5	680°C	1,5231	1,75 cm	256 "	256 "
6	720°C	1,5231	1,75 cm	234 "	229 "
7	760°C	1,5232	1,73 cm	176 "	207 "
8	800°C	1,5233	1,07 cm	266 "	202 "

Tableau VI

FD C2076

 $n_e = 1,6247$ épaisseur = 1 cm

NO	θ°	n	e	Tardy	
1	400°C	1,6247	1,0 cm	5	mu/cm
2	420°C	1,6246	1,0 cm	11	"
3	440°C	1,6245	1,0 cm	16	"
4	460°C	1,6243	1,0 cm	35	"
5	470°C	1,6237	1,0 cm	60	"
6	480°C	1,6237	1,0 cm	90	"
7	500°C	1,6230	1,0 cm	101	"
8	520°C	1,6230	1,0 cm	121	"
9	540°C	1,6230	1,0 cm	125	"
10	560°C	1,6230	0,93cm	117	"
11	580°C	1,6230	0,93cm	105	"
12	600°C	1,6230	0,93cm	87	"
13	620°C	1,6230	0,93cm	73	"
14	640°C	1,6230	0,82cm	66	"
15	660°C	1,6230	0,82cm	46	"
16	680°C	1,6230	0,82cm	32	"
17	700°C	1,6230	0,45cm	24	"
18	720°C	1,6230	0,38cm	22	"
Nouvelle Trompe Forte		$n_e = 1,6247$	$e = 0,94$ cm		
20	400°C	1,6247	0,94cm	8	mu/cm
21	430°C	1,6246	0,94cm	12	"
22	460°C	1,6242	0,94cm	31	"
23	490°C	1,6232	0,94cm	113	"
24	520°C	1,6231	0,94cm	107	"
25	550°C	1,6232	0,79cm	103	"
26	580°C	1,6232	0,79cm	99	"
27	610°C	1,6232	0,79cm	82	"
28	640°C	1,6232	0,79cm	70	"
29	670°C	1,6233	0,52cm	62	"
30	700°C	1,6233	0,52cm	43	"
1	730°C	1,6233	0,44cm	37	"
Trompe Faible		$n_e = 1,6244$	$e = 0,99$ cm		
3	400°C	1,6242	0,96cm	-	
4	440°C	1,6241	0,94cm	14	mu/cm
5	480°C	1,6237	0,99cm	11	"
6	520°C	1,6237	0,99cm	8	"
7	560°C	1,6237	0,81cm	6	"
8	600°C	1,6237	0,81cm	-	
9	640°C	1,6237	0,81cm	-	
10	680°C	1,6237	0,81cm	-	
Trompe forte		$n_e = 1,6247$	$e = 1,97$ cm		
1	420°C	1,6247	1,97cm	20	mu/cm
2	440°C	1,6247	1,97cm	37	"
3	460°C	1,6246	1,97cm	66	"
4	480°C	1,6230	1,97cm	188	"
5	520°C	1,6233	1,97cm	152	"
6	560°C	1,6233	1,82cm	134	"
7	600°C	1,6233	1,76cm	102	"
8	640°C	1,6233	1,75cm	58	"
9	700°C	1,6235	1,07cm	224	"
				Babinot	
				5	mu/cm
				16	"
				32	"
				93	"
				116	"
				110	"
				105	"
				90	"
				61	"

Tableau VII

FeD D3128

$n_e=1,7352$ $e=1$ cm

NO	θ C	n_e	e	(Tardy)
1	400°C	1,7352	1,0 cm	6 μ /cm
2	420°C	1,7352	1,0 cm	12 "
3	440°C	1,7351	1,0 cm	20 "
4	450°C	1,7339	1,0 cm	43 "
5	460°C	1,7339	1,0 cm	65 "
6	480°C	1,7339	1,0 cm	60 "
7	500°C	1,7339	1,0 cm	60 "
8	520°C	1,7339	0,88cm	61 "
9	540°C	1,7339	0,88cm	59 "
10	560°C	1,7344	0,82cm	45 "
11	580°C	1,7340	0,82cm	39 "
12	600°C	1,7340	0,71cm	42 "
13	620°C	1,7341	0,71cm	34 "
14	640°C	1,7341	0,71cm	30 "
15	660°C	1,7341	0,36cm	22 "

Nouvelle Trempe Forte $n_e=1,7352$ $e=1$ cm

1	400°C	1,7352	1,0 cm	11 μ /cm
2	420°C	1,7352	1,0 cm	16 "
3	440°C	1,7351	1,0 cm	21 "
4	450°C	1,7340	1,0 cm	65 "
5	460°C	1,7339	1,0 cm	57 "
6	480°C	1,7340	1,0 cm	60 "
7	500°C	1,7339	1,0 cm	65 "
8	520°C	1,7339	1,0 cm	54 "
27	540°C	1,7339	0,82cm	52 "
28	560°C	1,7339	0,82cm	52 "

Trempe Faible $n_e=1,7352$ $e=1$ cm

16	500°C	1,7348	0,71cm	-
17	520°C	1,7348	0,71cm	-
18	540°C	1,7348	0,71cm	-
19	560°C	1,7348	0,71cm	-
20	580°C	1,7348	0,71cm	-
21	600°C	1,7348	0,71cm	-
22	620°C	1,7348	0,71cm	-

Trempe Forte $n_e=1,7376$ $e=1,9$ cm

1	400°C	1,7376	1,88cm	20 μ /cm	5 μ /cm
2	440°C	1,7372	1,95cm	29 "	10 "
3	480°C	1,7365	1,88cm	86 "	54 "
4	520°C	1,7354	1,88cm	185 "	70 "
5	560°C	1,7356	1,88cm	185 "	76 "
6	600°C	1,7356	1,82cm	176 "	76 "
7	640°C	1,7357	1,83cm	152 "	54 "
8	680°C	fondue -	-	-	-

babinet

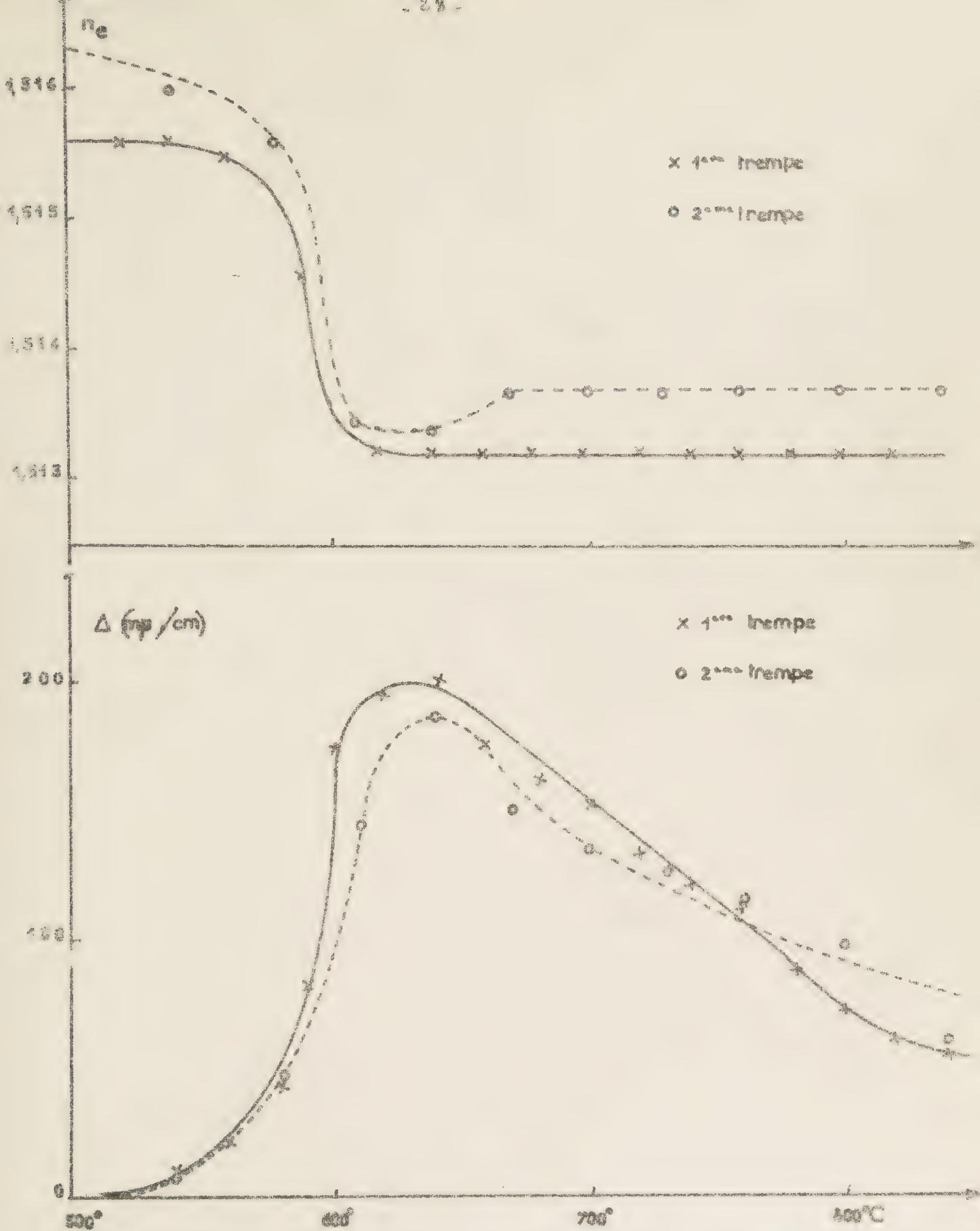


Fig.5. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de borosilicate d'épaisseur 1cm ayant subi

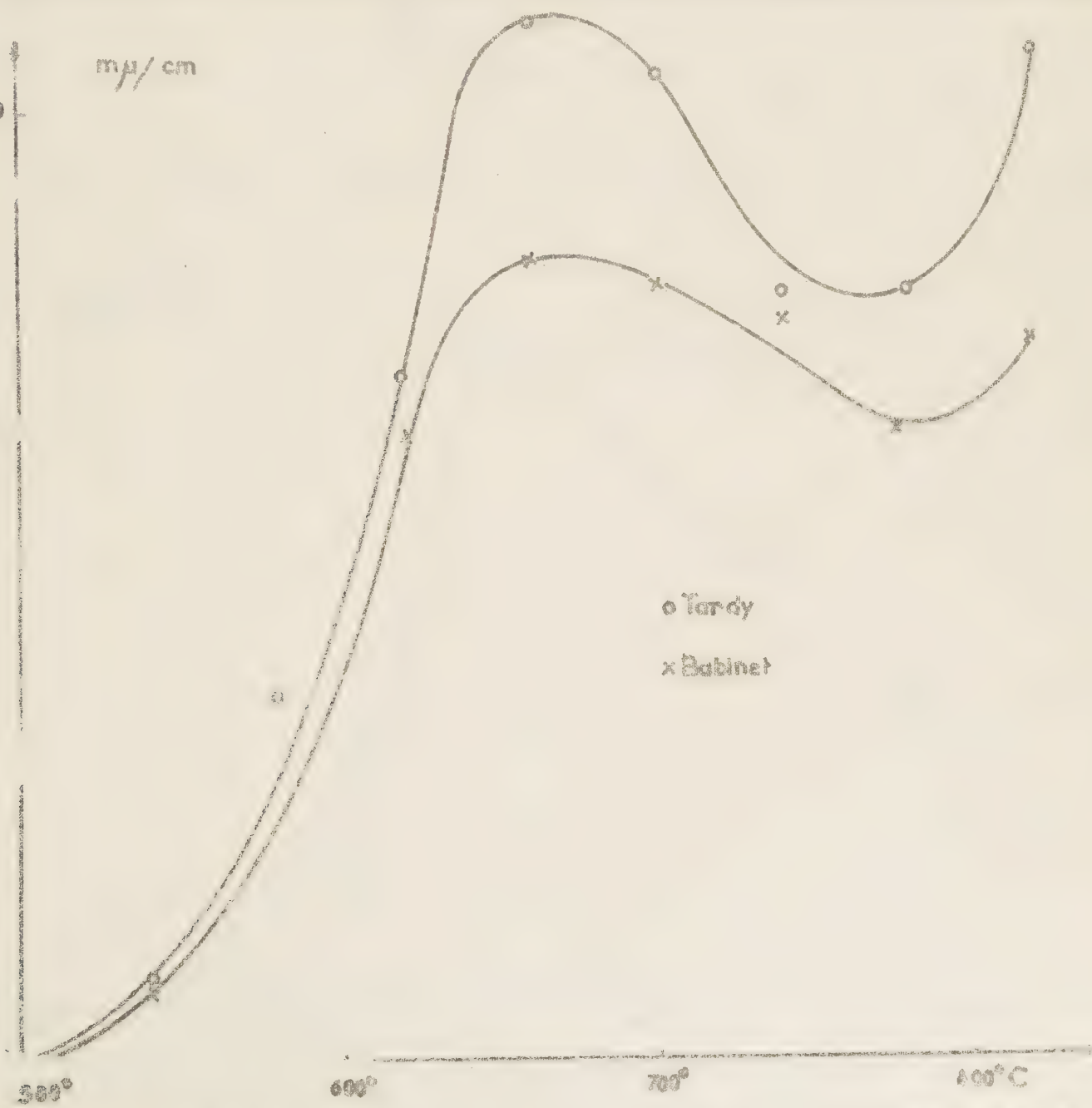
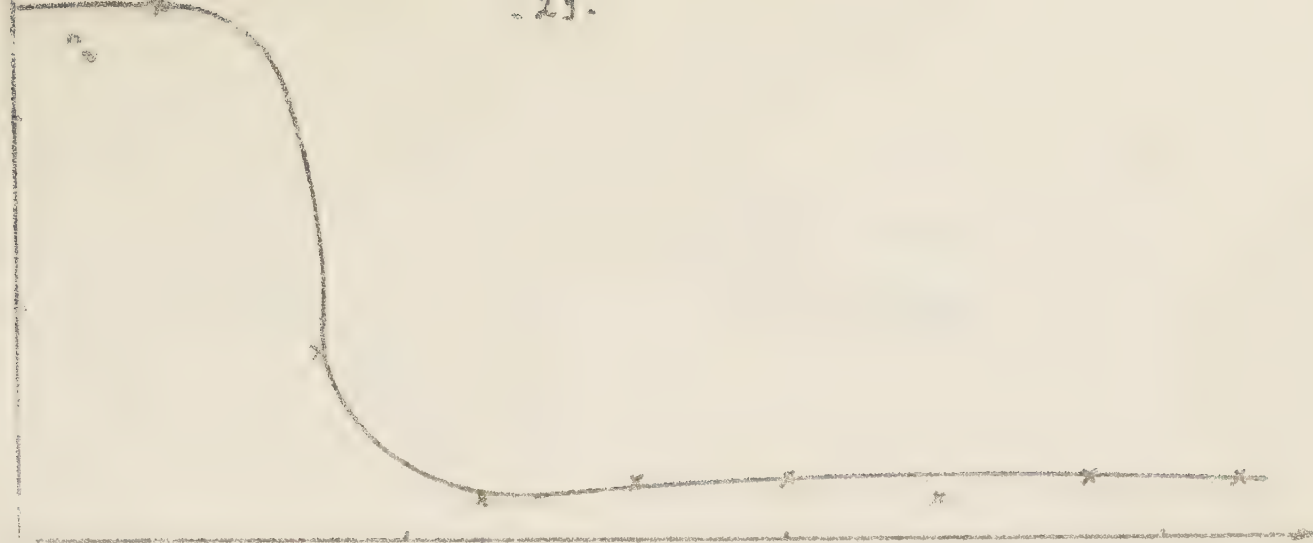


Fig. 6. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un échantillon de 2 cm avant subi une trempe forte.

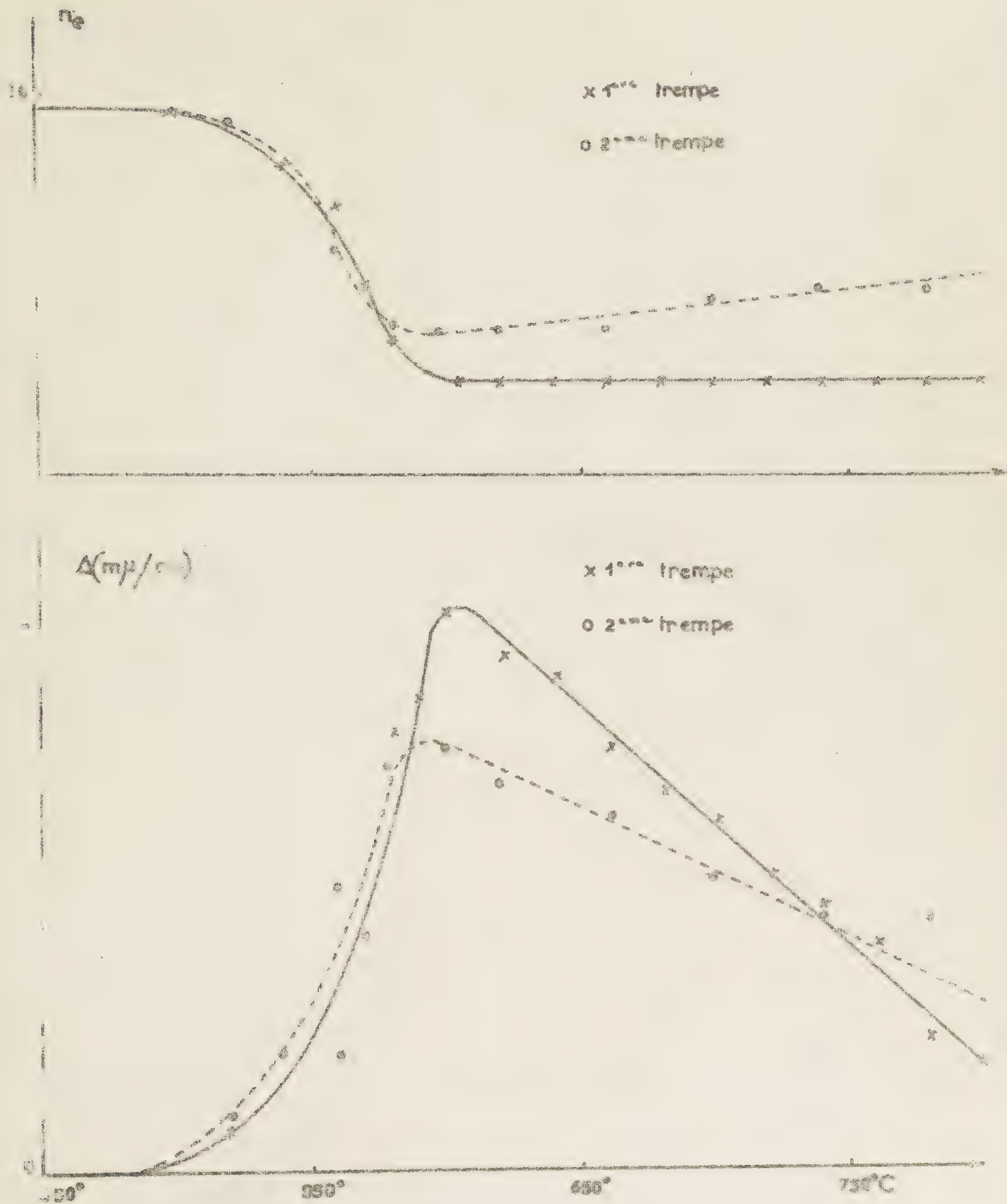


Fig.7. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de crown ordinaire d'épaisseur 1 cm ayant subi une trempe forte.

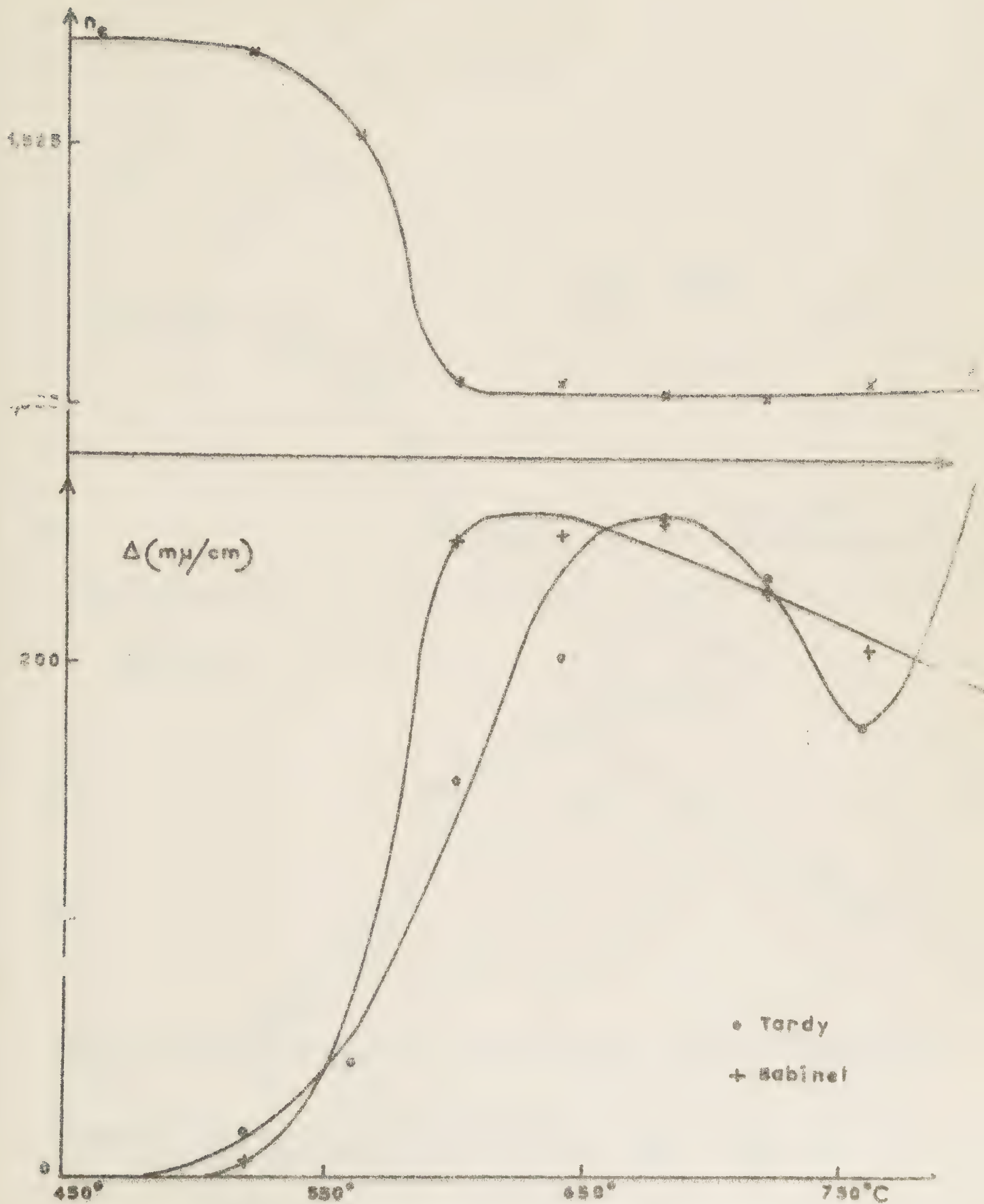


Fig.8. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence des verres de crown ordinaires.

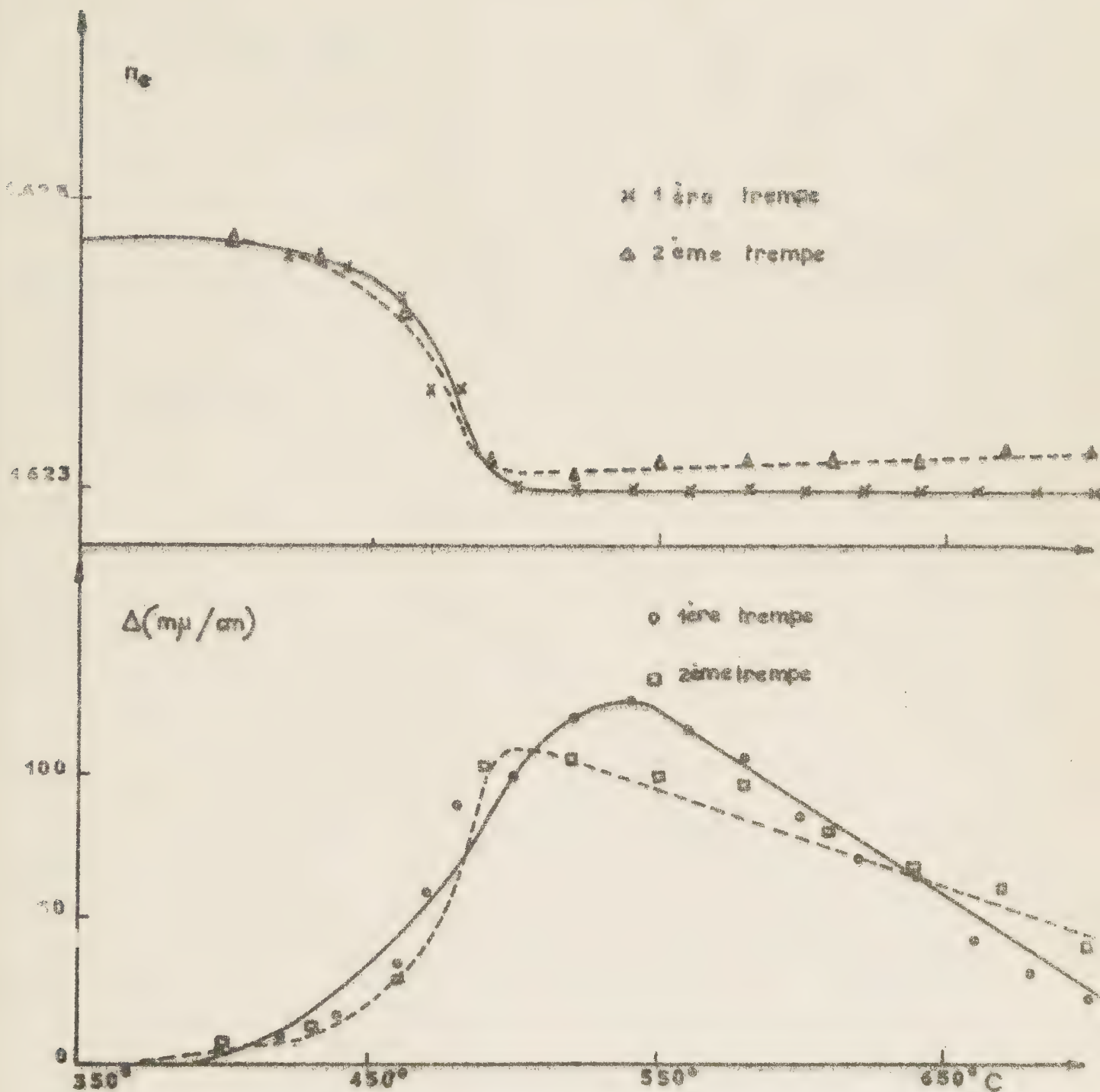


Fig.9. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de flint dense d'épaisseur 1 cm ayant subi une trempe forte.

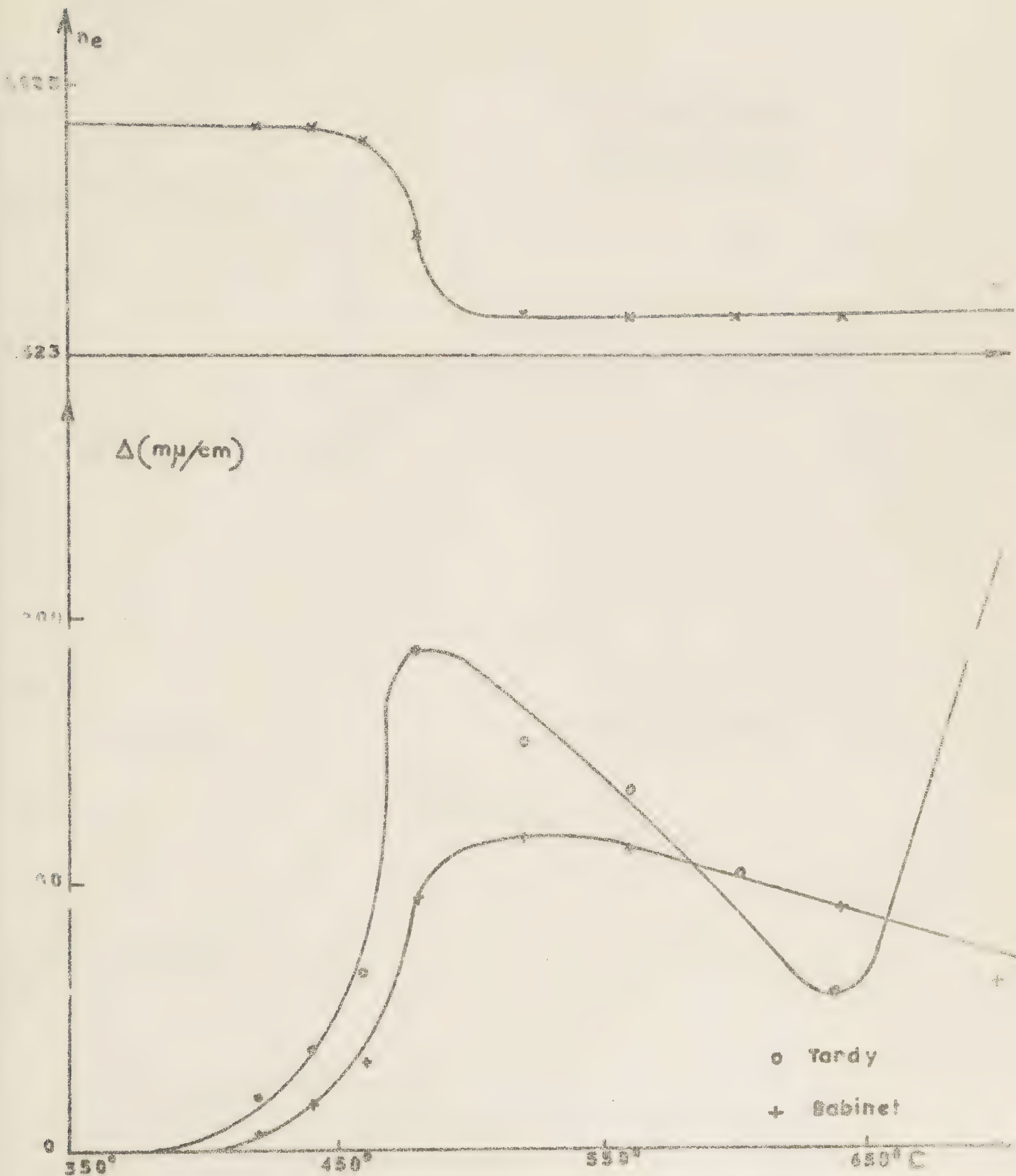


Fig. 10. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de flint dense d'épaisseur 2cm ayant subi une trempe forte.

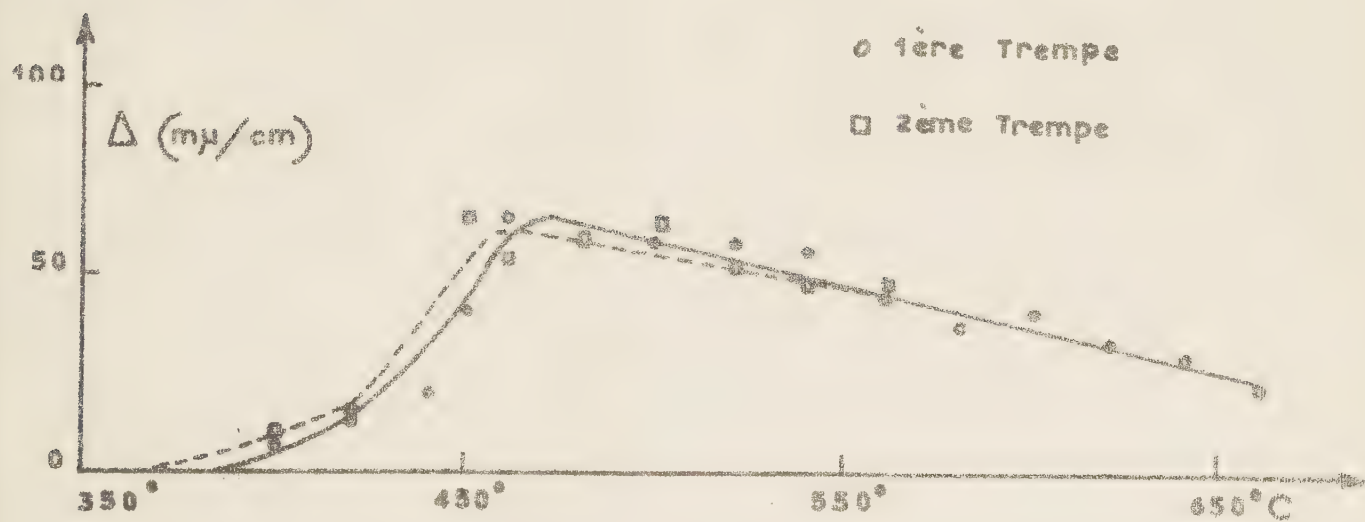
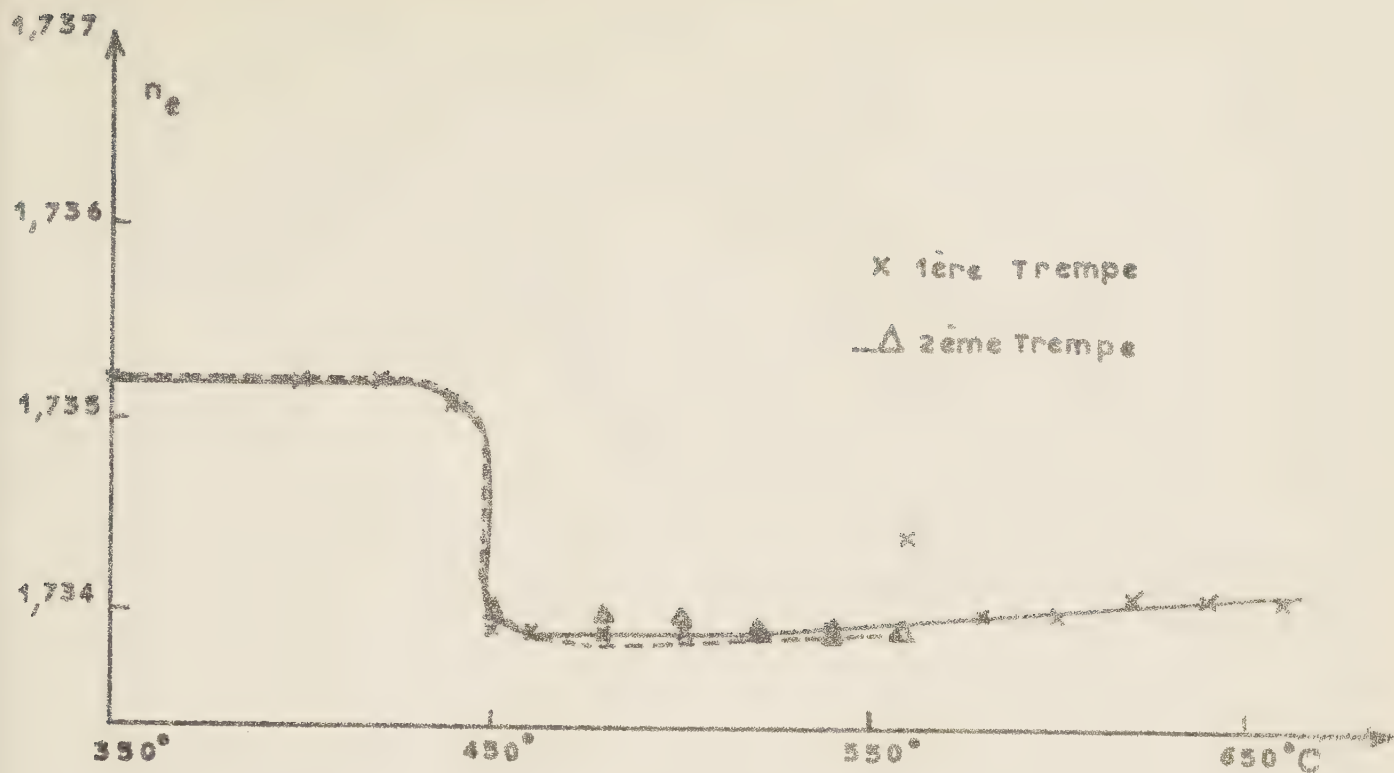


Fig.11 Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de flint très dense d'épaisseur 1cm ayant subi une trempe forte.

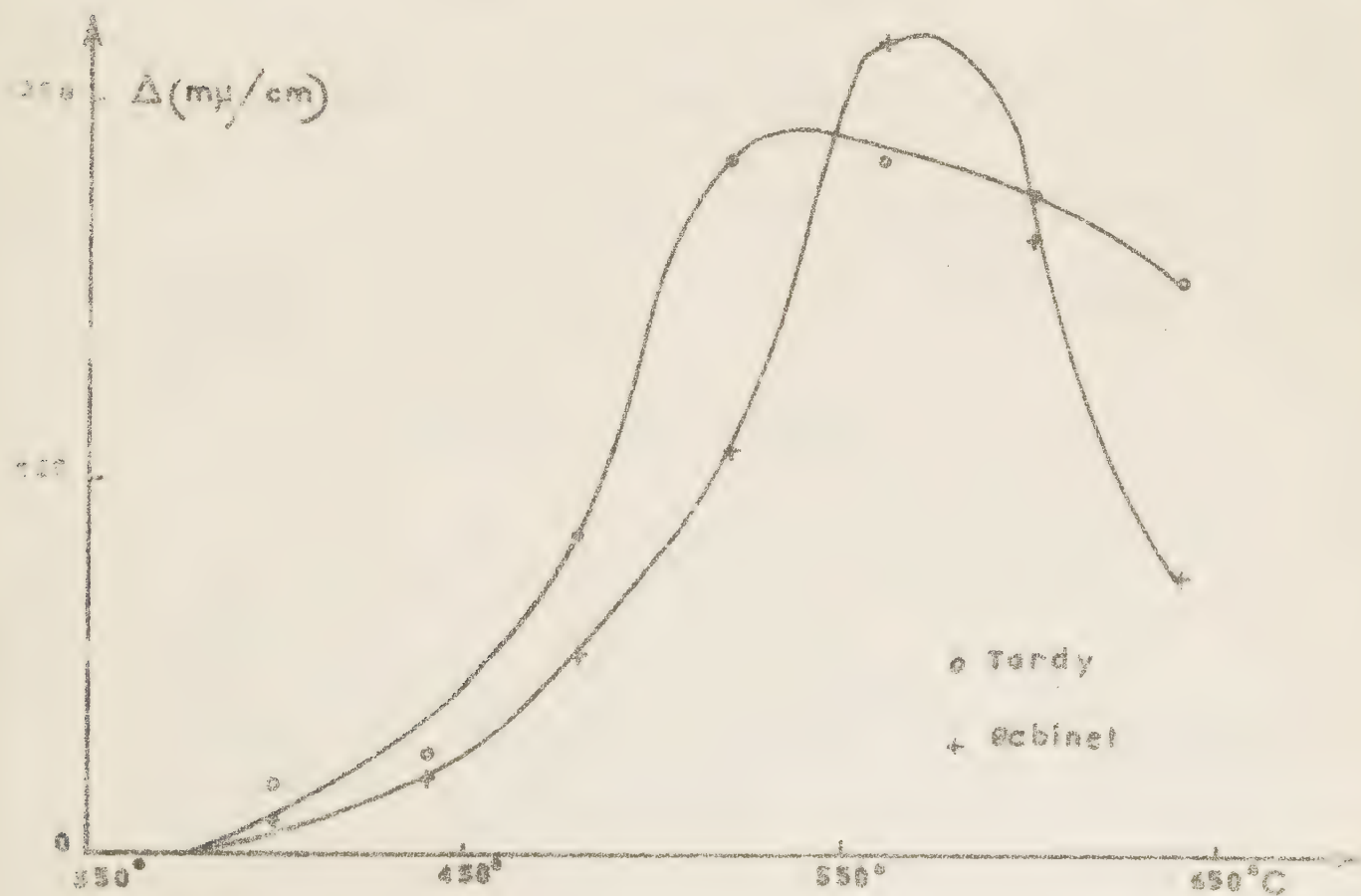
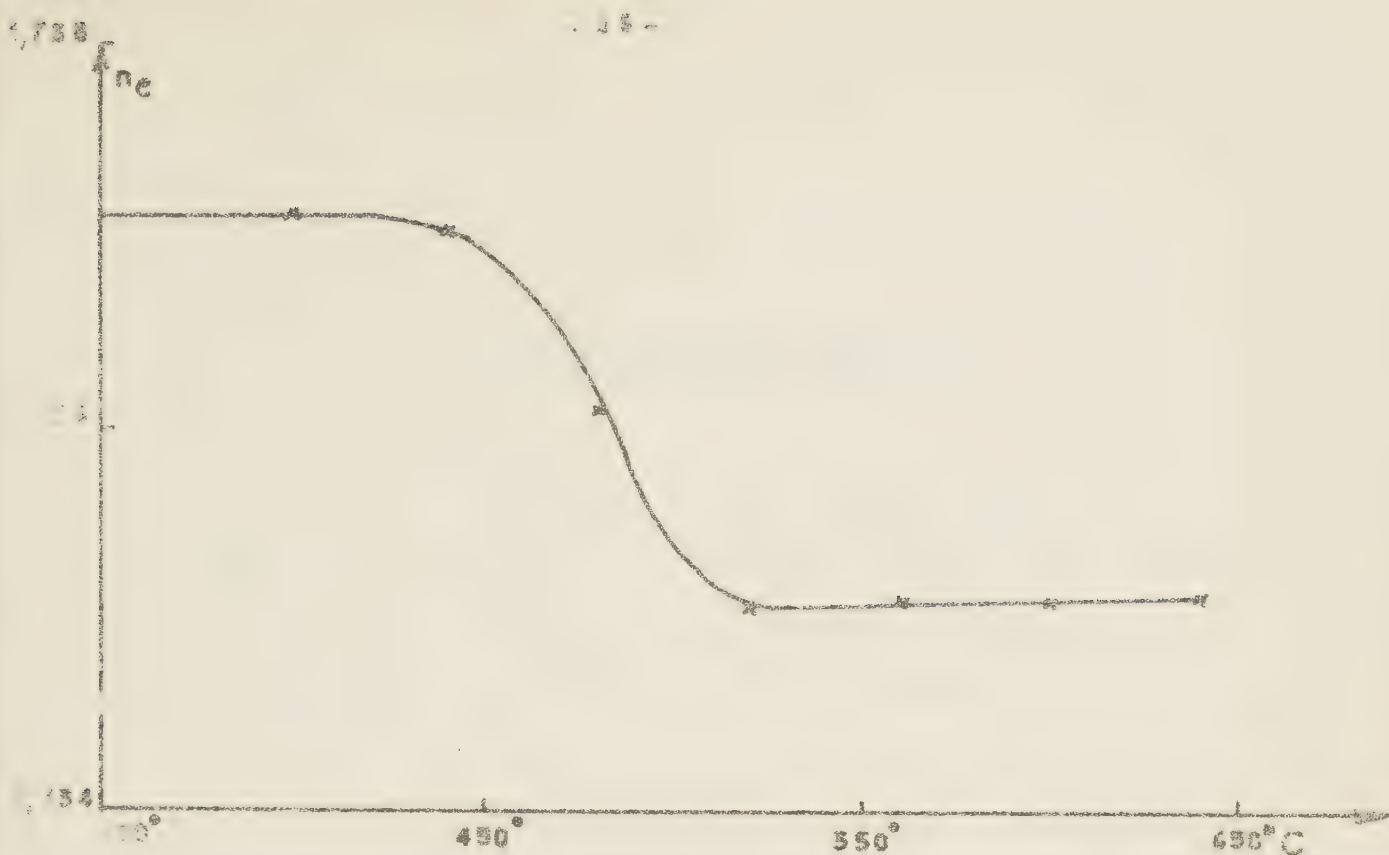


Fig. 12. Variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence d'un verre de flint très dense d'épaisseur 2cm ayant subi une trempe forte.

V Discussion Des Résultats

Les résultats obtenus vont nous permettre d'examiner les quatre points suivants.

- 1) Influence de la température de trempe.
- 2) Influence de l'épaisseur de l'échantillon.
- 3) Méthode de recuit employée.
- 4) Remarques sur la rapport entre la viscosité et la formation des tensions.

1) Influence de la température de trempe

Nous examinerons successivement l'influence de la température de trempe sur l'indice de réfraction et sur la biréfringence des échantillons.

a) indice de réfraction

La variation de l'indice de réfraction en fonction de la température de trempe est bien connue et elle est similaire pour les quatre types des verres étudiés : Lorsque la température augmente , à l'intérieur du domaine de transformation , l'indice de réfraction décroît . A une température de traitement thermique

située à l'intérieur de ce domaine , l'indice de réfraction reste stable conservant une valeur plus faible que celle qui correspond à une température plus basse . En dehors de ce domaine l'indice de réfraction garde une valeur constante. Cependant dans certains cas l'indice de réfraction ne se stabilise pas à la fin du domaine de transformation , mais augmente faiblement au delà de la limite supérieure de ce domaine.

b) biréfringence

Les résultats montrent que la variation générale de la biréfringence en fonction de la température de trempe est semblable pour les quatre verres étudiés. Lorsque la température augmente la biréfringence , initialement nulle , croît progressivement dans le domaine de transformation ; puis elle décroît quand le verre commence à se déformer . Dans le cas d'échantillons épais , la biréfringence présente , comme précédemment , un maximum vers la fin du domaine de transformation, mais ce maximum est parfois suivi d'une remontée aux températures plus élevées .

Il s'agit vraisemblablement tant pour l'indice de réfraction que pour les tensions d'un effet parasite dû au fait qu'à température

élevée, l'échantillon se déforme beaucoup, il flue, et la trempe n'est plus appliquée dans les mêmes conditions que précédemment.

2) Influence de l'épaisseur

Le tableau VIII nous permet de comparer l'indice de réfraction et la biréfringence pour des échantillons de un ou deux cm. d'épaisseur et ceci à la température T_r de leur ramollissement.

Tableau VIII		T_r	1 cm	2 cm	b(mu/cm)	
					1 cm	2 cm
1)BSC	B1463	630°C	-24.10 ⁻³	-25.10 ⁻³	199	266
2)C O	B2359	600°C	-20 "	-26 "	207	245
3)F D	C2036	500°C	-15 "	-14 "	103	200
4)FeD	D3128	470°C	-13 "	-16 "	65	80

a) Indice de réfraction

Les résultats présentés montrent que l'influence de l'épaisseur sur l'indice de réfraction est négligeable pour trois types de verre (indice mesuré à la surface)*

*Cependant le Crown Ordinaire B2359 semble faire exception. Mais un doute subsiste car les échantillons de 1 cm d'épaisseur n'ont pas été taillés dans la même fonte que ceux de 2 cm. Pour vérifier, nous avons effectué l'expérience suivante: Après avoir découpé deux échantillons respectivement de 1 et 2 cm d'épaisseur dans une même fonte ayant un indice de 1,15257, nous les avons portés à la température de 600 ° puis refroidis rapidement. A la température ambiante l'indice était toujours pour les deux échantillons de 1,5237. Nous en avons donc conclu que l'épaisseur n'a qu'une faible influence sur la variation de l'indice, mesuré à la surface.

b) biréfringence

Le tableau VIII montre au contraire que l'épaisseur des échantillons joue un rôle important sur la biréfringence : Plus l'épaisseur est grande , plus la biréfringence est élevée.

3) Méthode de recuit employée

La température de recuit est une donnée mal définie , en ce sens qu'on peut recuit le verre à des températures différentes situées entre de larges limites. Pour l'élimination des tensions le choix d'une température convenable est important . On peut adopter une température T_r voisine du point de ramollissement , et réaliser très rapidement l'annulation des tensions. Mais cet avantage n'est qu'apparent , car pour éviter de réintroduire des tensions , on se verra forcé de traverser très lentement toute la zone de recuit ; de plus , on risque ainsi de déformer l'échantillon.

Mais avec une méthode de recuit à basse température , méthode que nous avons choisie , le danger de déformation n'existe pas et le passage à très faible vitesse à travers le domaine de transformation est supprimé. Le processus de recuit que nous avons utilisé est le suivant : Les échantillons sont chauffés à vitesse uniforme jusqu'à la température inférieure

de recuit T_s et sont maintenus à cette température pendant un temps assez long (60 à 72 h.) , pour que l'équilibre thermique puisse s'établir dans la masse et que les tensions disparaissent . Ensuite ces échantillons sont refroidis assez lentement pour que la vitesse de disparition des tensions soit égale à celle de leur formation et qu'il ne se crée pas de gradient de température dans le verre.

Expérimentalement il nous a été possible d'annuler les tensions internes d'échantillons minces (0,5 à 1 cm). Par contre pour les échantillons plus épais (1 à 2 cm) le recuit ne nous a pas permis d'annuler complètement la biréfringence et nous n'avons pas retrouvé tout à fait la même valeur pour l'indice : Dans le tableau IX nous indiquons les valeurs de l'indice et de la biréfringence résiduelle après le recuit.

Tableau IX	BSC B1463	C O B2359	FD C2036	FoD D3128
T_s	526°C	490°C	420°C	400°C
n	-2.10^{-4}	-1.10^{-4}	-1.10^{-4}	-2.10^{-4}
b	3 mu/cm	5 mu/cm	6 mu/cm	5 mu/cm
2)	2 "	3 "	8 "	6 "
3)	2 "	3 "	9 "	8 "
4)	2 "	10 "	6 "	5 "
5)	2 "	4 "	6 "	4 "
6)	4 "	13 "	5 "	nulle
7)	12 "	4 "	5 "	nulle
8)	15 "	9 "	16 "	-
9)	-	-	9 "	-

On constate que les tensions résiduelles de l'ordre de quelque μ/cm sont faibles pour les verres que nous avons étudiés; elles sont d'ailleurs inférieures à la limite indiquée par Adams et Williamson pour un verre bien recuit.

Un autre méthode , qui consisterait à diminuer encore la vitesse de refroidissement serait peut-être plus efficace , mais elle n'a pas pu être essayée.

4) Rapport entre la viscosité et la formation des tensions:

La vitesse de variation des tensions, leur accroissement ou leur diminution , dépend pour un échantillon d'un verre donné de la viscosité ainsi que de l'évolution de celle-ci avec la température.

Aux températures plus élevées, la viscosité diminue ce qui permet une disparition rapide des tensions mais elles sont réintroduites très facilement quand la température baisse , pour les éviter il faut donc appliquer dans ce cas une vitesse de refroidissement très lente

Il nous a semblé avantageux d'opérer à une viscosité assez élevée (approximativement 10^{14} poises) à la-quel le la relative lenteur de la disparition des tensions est compensée par la possibilité d'un refroidissement plus rapide sans que les tensions soient engendrées.

VI C O N C L U S I O N S

Dans cette contribution à la connaissance de la variation de l'indice de réfraction et de la biréfringence des verres en fonction du traitement thermique qu'ils ont subi , nous avons repris des expériences déjà faites en opérant cette fois-ci sur des échantillons d'épaisseur variable , allant de 0,5 cm à 2 cm. L'étude a été conduite sur quatre verres d'optique: Borosilicate Crown B1463 , Crown Ordinaire B2359 , Flint Dense C2036 et Flint Extra Dense D3128 . aux quels on-a appliqué des trempes différentes , après avoir déterminé pour chaque verre la position du domaine de transformation a-fin de situer les températures des traitements thermiques appropriés.

On a montré que la valeur de l'indice de réfraction dépend sur-tout de la température tandis que celle des tensions est régie par la température et par l'épaisseur de l'échantillon. On a discuté l'influence de la viscosité sur la vitesse de l'évolution des tensions à température constante et quand la température varie , on a choisi un traitement thermique qui a permis de supprimer les tensions dans les échantillons d'un cm d'épaisseur.

B I B L I O G R A P H I E

- (1) E.Hagy-- " Fine annealing Of optical glass for low residual stress and refractive index homogeneity"
--Applied Optics,may 1968,(U.S.A.) vol.7,No,5.
- (2) Jayanti Patel-- Diplôme d'études supérieures-1968,Paris.
- (3) Mme Winter -- Thèse , 1938 (Paris)
- (4) F.Naudin -- Thèse , 1953 (paris)
- (5) Mme PROD'HOMME--Thèse , 1960 (Paris)
- (6) Gilard et L.Dubral -- Les basse physico-chimiques de l'industrie du verre-Paris (Ed.Dunod 1937)
- (7) H.L.Tardy- Méthode pratique d'examen et de mesure de biréfringence des verres d'optique.
Rev.d'optique 8 (2) P.59 1929

